

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-159537

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
B 01 J 19/08

識別記号

厅内整理番号  
6953-4G

⑭ 公開 昭和57年(1982)10月1日  
発明の数 2  
審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑮ イオン窒化処理方法およびその装置

⑯ 発明者 牧村実

明石市川崎町1番1号川崎重工業株式会社明石工場内

⑰ 特願 昭56-45738

⑰ 発明者 吉岡文彦

茨木市西田中町7-24

⑱ 出願 昭56(1981)3月27日

⑰ 出願人 川崎重工業株式会社

神戸市中央区東川崎町3丁目1番1号

⑲ 発明者 枝村瑞郎

明石市川崎町1番1号川崎重工業株式会社明石工場内

⑲ 出願人 株式会社三社電機製作所

大阪市東淀川区淡路2丁目14番3号

⑳ 発明者 高本俊二

明石市川崎町1番1号川崎重工業株式会社明石工場内

㉑ 出願人 田中清一

㉒ 発明者 梶川亨志

明石市川崎町1番1号川崎重工業株式会社明石工場内

明細書

1. 発明の名称

イオン窒化処理方法およびその装置

2. 特許請求の範囲

(1) 真空反応炉の炉壁を陽極とし、真空反応炉内に装入される被処理物を陰極として両極間に直流電圧の印加によりグロー放電を生起せしめて窒化処理を行うイオン窒化処理方法において、上記真空反応炉内で持続的アーケ放電が発生した際、該持続的アーケ放電の発生を単位時間当たりに低下する放電電圧の電圧変化より検知し、直流電圧の印加を遮断することを特徴とするイオン窒化処理方法。

(2) 真空反応炉の炉壁を陽極、真空反応炉内に装入される被処理物を陰極として両極間に直流電圧を印加するグロー放電用電源装置を備え、該グロー放電用電源装置の作動によりグロー放電を生起せしめて窒化処理するようにしたイオン窒化処理装置において、上記真空反応炉内で持続的アーケ放電の発生を単位時間当たりに低

下する放電電圧の電圧変化より検知する持続的アーケ放電検知回路を設けるとともに上記グロー放電用電源装置の作動を遮断するゲート遮断回路を設けたことを特徴とするイオン窒化処理装置。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、グロー放電により処理ガスをイオン化させ、このイオンを被処理物に衝突させて窒化処理を行うイオン窒化処理方法およびその装置に関し、特に処理中に持続的なアーケ放電が発生するのを防止するようにしたイオン窒化処理方法およびその装置に関するものである。

一般に、イオン窒化処理においては、真空反応炉内で被処理物を陰極、炉壁を陽極として真空中で直流電圧を印加してグロー放電を発生させ、窒化処理を行うものである。

しかし、例えば、狭間隙部や細孔等を有する複雑な形状の被処理物をイオン窒化処理する場合、真空反応炉内の真空中度を低くしてグロー放電の幅を狭くし、グロー放電が上記狭間隙部や細孔の内

部まで入り込むようにしなければ、被処理物が均一に窒化されないが、一方、炉内真圧度を低くすると、アーク放電が発生しやすくなり、アーク放電が多発すると連続的に継続する持続的アーク放電に移行し、被処理物および被処理物を保持する治具もしくは炉体などが著しく損傷することとなる恐れがある。

すなわち、上記の如く、低真圧度(高ガス圧)、高電流密度などグロー放電が比較的不安定になりやすい条件において陰極(被処理物、治具等)の特定部分(例えば、小径長筒部、鋭利な尖端、バリ等)に局部的にアーク放電が多発し、その結果、当該部分が過熱して溶融することとなる。このアーク放電(通常のアーク放電)の多発により溶融した金属(鉄鋼)は気化し、処理ガス( $N_2$ ,  $H_2$ など)に混入して金属イオンを含む雰囲気ガスとなり、きわめて激しく且つその放電状態が継続するアーク放電(持続的アーク放電)が生起されるものである。

しかして、前記通常のアーク放電は瞬間に過

較的困難であり、従来のアーク放電防止回路がそのまま適用できるものではない。

そこで、本発明は、持続的アーク放電が発生した際、この持続的アーク放電の発生を単位時間当たりに低下する放電電圧の電圧変化により検知し、精度良く持続的アーク放電への移行を阻止し、効率よく安全に良好な窒化を行いうイオン窒化処理方法およびその装置を提供せんとするものである。

以下、本発明を図面に示す実施例に基づいて説明する。

第1図において、1は内部が真空排気(排気系は図示せず)される真空反応炉、2は該真空反応炉1内に装入され陰極台3に載置される被処理物、4は真空反応炉1内の外周に配設された円筒状の発熱体、5は該発熱体4を被処理物2(陰極)に對して電気的に遮蔽する遮蔽板である。

また、6は、前記遮蔽板5(炉壁)を陽極とし、被処理物2を陰極として両極間に直流電圧を印加してグロー放電を発生せしめるグロー放電用電源装置、および、7は前記発熱体4に交流電圧を印

大電流をともなってスパークするのに対し、持続的アーク放電は、放電電流については通常のアーク放電時より小さくしかも不安定に変動するとともに、放電電圧については急激に50~200V程度低下ししかも不安定に変動することが見い出された。また、持続的アーク放電が数秒以上持続すると、陰極(被処理物、治具)および陽極の放電発生部分は激しく溶融、損傷され、その部分の交換、修理を余儀なくされ、特に炉体が損傷を受けると生産面、コスト面で重大な損害を受けることとなる。ただし、この持続的アーク放電が生起されるのは、ごくまれなことであるが、一旦生起されると上述のごとく重大な損害を受けるので、その発生を未然に防止するのが好ましい。

一方、従来より通常のアーク放電の発生時には、瞬間に過大電流が流れるために、放電電流の大幅な上昇を検知し、直流電圧の印加を遮断する事により事故防止をはかっているが、持続的アーク放電の場合には、放電電流の上昇は小幅で、正常なグロー放電における電流変動と判別するのが比

加する発熱体用電源装置である。

該発熱体用電源装置7は、交流電源8が変圧器9、電流計10を介して発熱体4に接続されてなるとともに、真空反応炉1内の処理温度を検出する温度検出器11からの温度測定信号と温度設定信号とにより処理温度をフィードバック制御する温度制御回路12を有し、発熱体4の発熱量を制御する。

一方、グロー放電用電源装置6は、交流電源8を位相制御により電圧調整を行うサイリスタ13に接続印加し、この位相制御した電圧を変圧器14にて昇圧する。変圧器14の二次電圧を整流器15にて直流に整流し、該整流器15の出力電圧の陽極側を真空反応炉1の炉壁(遮蔽板5)に、陰極側を被処理物2にそれぞれ印加してグロー放電を生起させる。尚、16は電磁開閉器である。

また、17は上記サイリスタ13の動作時期すなわち放電電圧の調整をゲート信号の位相調整にて制御する位相制御回路、18は上記サイリスタ13へのゲート信号をアーク放電時に遮断するゲ

一ト遮断回路であって、該ゲート遮断回路 18 は放電電流および放電電圧を検出する電流電圧検出器 19 に接続され、グロー放電から通常のアーク放電に移行したときに、放電電流の急激で大きな上昇を検知してその値が設定値より大きければ瞬時に動作してゲート信号を遮断するものである。

さらに、20 は上記ゲート遮断回路 18 の信号を受けグロー放電再開始時にアーク放電の再発生を防ぐために放電電圧を徐々に上昇するように、位相制御回路 17 を動作せしめるソフトスタート回路である。

次に、21 は電流電圧検出器 19 で検出した放電電圧の変動から持続的アーク放電を検知する持続的アーク放電検知回路で、その検知信号は前記ゲート遮断回路 18 に出力されるとともに、警報回路 22 を介してソフトスタート回路 20 に出力される。

上記持続的アーク放電検知回路 21 は、グロー放電から持続的アーク放電への移行を、グロー放電時の電圧変化（極めて値少である）に比して持

続的アーク放電への移行時の電圧降下は急激であることから、その放電電圧の低下における変動度合すなわち単位時間当たりの電圧変化 ( $dv/dt$ ) から検出する方式のもの（第2図参照）と、持続的アーク放電への移行時には 50～350V の電圧降下があることから、放電電圧値を設定電圧値と比較して検出する方式のもの（第3図参照）とを並列に有し、それぞれの検知信号がゲート遮断回路 18 および警報回路 22 に出力される二重検知方式に設けられているものである。

上記イオン窒化処理装置においては、先ず、1～10 Torr の処理圧力に真空排気された真空反応炉 1 に処理ガスを供給して  $H_2$  又は  $Ar$  等の不活性ガス雰囲気にした状態で、遮蔽板 5 を陽極とし、陰極台 3（すなわち被処理物 2）を陰極としてグロー放電用電源装置 6 によって両極間に直流電圧を印加してグロー放電を発生させると同時に、発熱体 4 に発熱体用電源装置 7 によって交流電圧を印加して発熱させる。このグロー放電と発熱体 4 による発熱との併用によって被処理物 2 を放電窒化

可能な処理温度（300～570°C、好ましくは550～560°C）に加熱昇温せしめる。上記処理温度にまで加熱された後は、 $N_2$  と  $H_2$  の混合ガスを供給した状態で、被処理物 2 を温度制御回路 12 による発熱体 4 の発熱量制御によって処理温度に保持しつつ、グロー放電の出力を向上してこのグロー放電によってイオン窒化を行う。処理時間が経過した際にはグロー放電及び発熱体 4 の発熱を停止して冷却し、被処理物 2 を真空反応炉 1 から搬出して終了する。

第2図には、上記単位時間当たりの電圧変化により持続的アーク放電を検知する第1の検知回路 21A を示し、電流電圧検出器 19 で検出された放電電圧は、絶縁増幅器 A にて減衰されて入力され、CR フィルタ F を通してオペアンプ  $IC_1$  にてインピーダンス変換され第1アナログスイッチ  $AS_1$  を通じて前段コンデンサ  $C_9$  に充電される。上記第1アナログスイッチ  $AS_1$  および第1フォロア  $IC_3$  の後に設けられた第2アナログスイッチ  $AS_2$  は、C-MOS を使用したクロックゼネレータ CL により、

単位時間（サンプリング時間）毎に交互にオン・オフ動作するように構成されている。これにより、第1アナログスイッチ  $AS_1$  がオンのときに前段コンデンサ  $C_9$  に充電された検出値は、単位時間の後半に第1アナログスイッチ  $AS_1$  がオフ、第2アナログスイッチ  $AS_2$  がオンとなったときに、前段コンデンサ  $C_9$  から第2アナログスイッチ  $AS_2$  を通って後段コンデンサ  $C_{10}$  に移される。後段コンデンサ  $C_{10}$  に移された検出値（旧検出値）は、高入力インピーダンスの第2フォロア  $IC_4$  を通じて反転増幅器  $IC_2$  を経て第1抵抗  $R_8$  に加えられる。

一方、単位時間が次の周期となって第1アナログスイッチ  $AS_1$  がオン、第2アナログスイッチ  $AS_2$  がオフとなると、新しい検出値が前段コンデンサ  $C_9$  に加えられ、この新検出値は第2フォロア  $IC_4$  と同様の高入力インピーダンスの第1フォロア  $IC_3$  を通じてコンパレータ  $IC_5$  の第2抵抗  $R_9$  に加えられる。

従って、コンパレータ  $IC_5$  の反転入力端子 (−) の電位は第2抵抗  $R_9$  の電位と第1抵抗  $R_8$  の電位の差

すなわち(新検出値-旧検出値)となり、単位時間当たりに変化した電位差が計測される。これに対し、コンパレータ IC<sub>5</sub> の非反転端子(+)には、感度設定器 VR で設定された設定電圧が加えられており、両端子の電圧が比較される。

検出値の電圧低下が小さい場合には、コンパレータ IC<sub>5</sub> の出力は低レベルであって、次段のワンショットマルチバイブレータ IC<sub>6</sub> は動作しない。一方、検出値の電圧低下が大きく、コンパレータ IC<sub>5</sub> の反転入力端子(-)の電位が非反転端子(+)の設定電位よりも負の方向に変化すると、コンパレータ IC<sub>5</sub> の出力が高レベルとなるのに応じて、ワンショットマルチバイブレータ IC<sub>6</sub> が動作し、トランジスタ Q<sub>1</sub> のベースにワンショットパルスが印加し、リレー R<sub>Y</sub> が励磁され、接点 S<sub>1</sub> によりトランジスタ Q<sub>2</sub> の導通状態を保持するとともに、接点 S<sub>2</sub> により外部のゲート遮断回路 18 および警報回路 22 に検知信号を出力する。

尚、第2図において、VR<sub>1</sub> は入力レベル調整用可変抵抗、VR<sub>2</sub> および VR<sub>3</sub> はそれぞれオペアンプ

IC<sub>1</sub> および反転増幅器 IC<sub>2</sub> のゲイン調整用可変抵抗、VR<sub>4</sub> はクロックゼネレータ CL の単位時間(サンプリング時間)の調整用可変抵抗である。

上記の如く、第1の検出回路 21A は、第1および第2アナログスイッチ AS<sub>1</sub>, AS<sub>2</sub> を交互に周期的にオン・オフする単位時間当たりの電圧変化を計測し、これが設定値を越えて急激に変化したときに持続的アーク放電の発生として検知動作するものである。

次に、第3図には、放電電圧値と設定電圧値とを比較することにより持続的アーク放電を検知する第2の検知回路 21B を例示し、入力端子には電流電圧検出器 19 で検出された放電電圧が抵抗器等により分圧され、低レベル入力として入力されるものであり、検出電圧が基準電圧設定抵抗 RV により設定された基準電圧を越えて低下すると、演算増幅器 OPA の端子間に生じた電位差が反転増幅されて正の信号が出力される。この演算増幅器 OPA の出力信号はトランジスタ Q<sub>1</sub> で一旦電力増幅されて次段のトランジスタ Q<sub>2</sub> および Q<sub>3</sub> からなる比

較增幅回路に伝送され、前段トランジスタ Q<sub>2</sub> がオフ、後段トランジスタ Q<sub>3</sub> がオンとなり、最終段のリレー駆動用トランジスタ Q<sub>4</sub> がオンし、リレー R<sub>Y</sub> が励磁され接点 S により外部のゲート遮断回路 18、警報回路 22 に信号を出力する。一方、検出電圧が基準電圧より高い場合には演算増幅器 OPA は負の信号を出力し、リレー R<sub>Y</sub> は作動しない。

上記第1の検知回路 21A は電圧低下の過程においてその変化度合を検出するものであり、通常第2の検知回路 21B の設定電圧に達する以前に持続的アーク放電を検知する。ただし、たとえ方が一この第1の検知回路 21A が作動しなかったときでも第2の検知回路 21B が作動するものである。上記両検知回路 21A または 21B により持続的アーク放電を検知したときには、ゲート遮断回路 18 を介してサイリスタ 13 のゲート信号を遮断して放電を停止するとともに、警報回路 22 により警報を発するように構成されている。

上記の如く持続的アーク放電への移行を持続的アーク放電検知回路 21 により検知し放電を遮断

した後には、アーク放電の発生により過熱している部分が空化処理温度(300~570°C)近傍まで冷却されるのを待って、ソフトスタート回路 20 の動作により徐々に放電電圧を上昇させながらグロー放電を再開するものである。その際、安定なグロー放電が生起されやすい処理条件(高真空、低電流密度等)でグロー放電を再開するようになると、ソフトスタートに加えより一層アーク放電の発生が抑制されて好ましい。

また、通常のアーク放電が生起したときには、前記ゲート遮断回路 18 が作動して放電を遮断した後、ソフトスタート回路 20 によりソフトスタートを行うものであるが、その場合、電圧変動は大きくなるが、持続的アーク放電検出回路 21 は、上記ゲート遮断回路 18、ソフトスタート回路 20 が作動しているときなどには動作しないよう構成される。さらに、通常のアーク放電時には持続的アーク放電検知回路 21 が作動する前に、放電電流より検知するゲート遮断回路 18 が瞬時に作動する。

尚、上記実施例においては、持続的アーク放電検知回路21に、単位時間当たりの電圧変化を検出する第1の検知回路21Aと、放電電圧値を設定電圧値と比較する第2の検知回路21Bとを設けて、検知精度をより良好なものとしているが、第2の検知回路21Bを省略して第1の検知回路21Aだけでも実用上は殆ど問題とならないと考えられる。

また、持続的アーク放電検出回路 21 の具体的構成は、第 2 図もしくは第 3 図に限定されるものではなく、その他適宜設計変更可能である。

さらに、持続的アーク放電の検知により一時停止したグロー放電を再開する時期についても、タイマーの設定時間によるもの、温度検出によるもの、作業者の手動操作によるものなどが使用状況等に応じて適宜選定される。

従って、以上の如き本発明によれば、イオン窒化処理中における持続的アーク放電の発生を早期に検知し未然に防止でき、陰極（被処理物、治具等）および陽極（炉壁）の保護を図ることができ、

しかも検知精度に優れ処理効率の向上と相俟って良好なイオン空化処理を行うことができる。

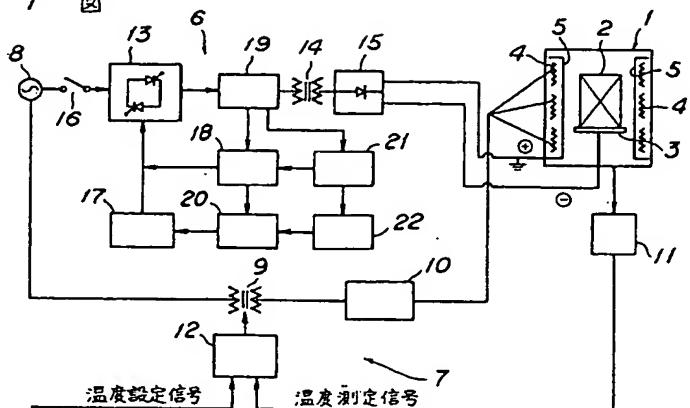
#### 4. 図面の簡単な説明

図面は本発明の実施態様を例示し、第1図はイオン空化処理装置の概略構成を示すブロック図、第2図および第3図はそれぞれ持続的アーク放電検知回路の一部を示す基本回路図である。

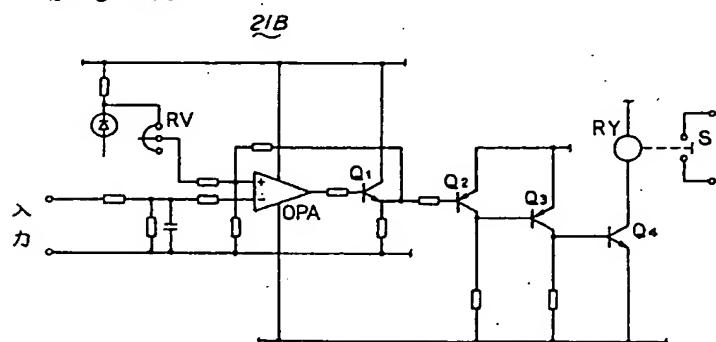
1 …… 真空反応炉、2 …… 被処理物、6 …… グローバー放電用電源装置、8 …… 交流電源、9 …… 変圧器、10 …… 電流計、11 …… 溫度検出器、12 …… 溫度制御回路、13 …… サイリスタ、14 …… 変圧器、15 …… 整流器、16 …… 電磁開閉器、17 …… 位相制御回路、18 …… ゲート遮断回路、19 …… 電流電圧検出器、20 …… ソフトスター回路、21 …… 持続的アーキ放電検知回路、22 …… 警報回路

特許出願人 川崎重工業株式会社(ほか／名)  
代理人 田中清一

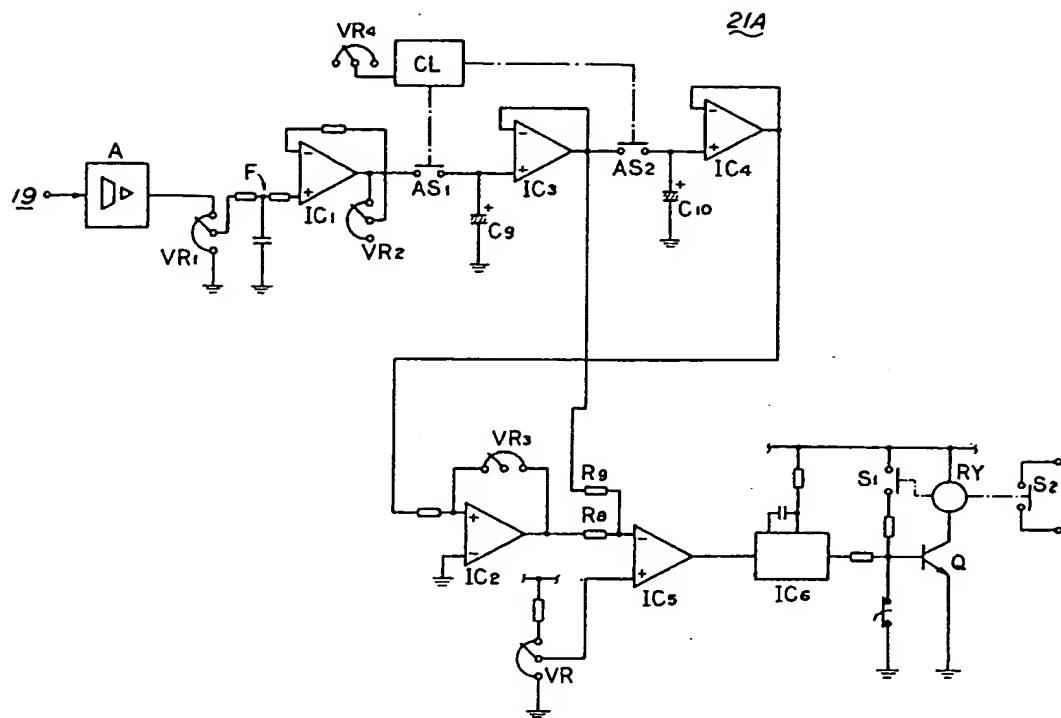
第一圖



### 第 3 図



第 2 図



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 57-159537

(43) Date of publication of application : 01.10.1982

(51) Int.CI.

B01J 19/08

(21) Application number : 56-045738

(71) Applicant : KAWASAKI HEAVY IND LTD  
SANSHA ELECTRIC MFG CO LTD

(22) Date of filing : 27.03.1981

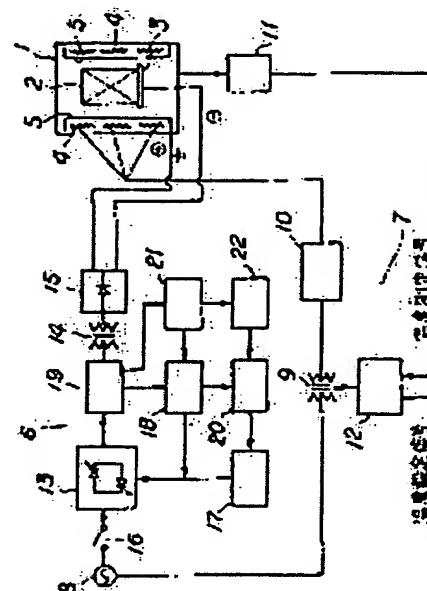
(72) Inventor : EDAMURA MIZUO  
TAKAMOTO SHUNJI  
KAJIKAWA KYOJI  
MAKIMURA MINORU  
YOSHIOKA FUMIHIKO

## (54) METHOD AND APPARATUS FOR ION NITRIDING TREATMENT

## (57) Abstract:

**PURPOSE:** To carry out perfectly good nitriding treatment in good efficiency, in generating longlasting arc discharge, by detecting the generation of said longlasting arc discharge by voltage variation of discharge voltage lowered per a unit time.

**CONSTITUTION:** In an ion nitriding treatment method applying D.C. current by using the furnace wall of a vacuum reaction furnace 1 as an anode and an object to be treated as a cathode, when longlasting arc discharge is generated in the vacuum reaction furnace 1, voltage variation of lowered discharge voltage is detected by a current voltage detector 19 and, when the detected value is larger than a set value, a gate blocking circuit 18 is instantaneously operated as well as said detected value is applied to a longlasting arc discharge detecting circuit 21 and the output thereof is applied to a soft start circuit 20 through an alarm circuit 22. As described above, while arc discharge is prevented from being generated during treatment, ion nitriding treatment is carried out.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office